

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2003 年 7 月 24 日 (24.07.2003)

PCT

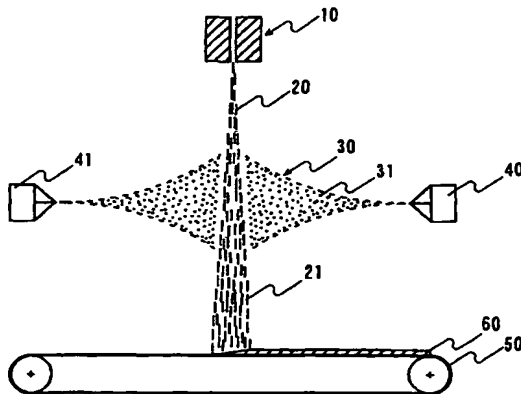
(10) 国際公開番号
WO 03/060216 A1

- (51) 国際特許分類⁷: D04H 3/16, [JP/JP]; 〒101-8614 東京都千代田区外神田2丁目14番5号 Tokyo (JP).
B01D 39/14, D06M 10/00, 11/05, 23/06
- (21) 国際出願番号: PCT/JP03/00185 (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 秋庭 治 (AK-IBA, Osamu) [JP/JP]; 〒306-0213 茨城県猿島郡総和町大字北利根7番地日本バイリーン株式会社内 Ibaraki (JP). 松林 章浩 (MATSUBAYASHI, Akihiro) [JP/JP]; 〒306-0213 茨城県猿島郡総和町大字北利根7番地日本バイリーン株式会社内 Ibaraki (JP). 長島 雅明 (NAGASHIMA, Masaaki) [JP/JP]; 〒524-0041 滋賀県守山市勝部四丁目1番11号日本バイリーン株式会社内 Shiga (JP).
- (22) 国際出願日: 2003 年 1 月 14 日 (14.01.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2002-005232 2002 年 1 月 11 日 (11.01.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日本バイリーン株式会社 (JAPAN VILENE COMPANY, LTD.)
- (74) 代理人: 森田 憲一 (MORITA, Kenichi); 〒173-0004 東京都板橋区板橋二丁目67番8号板橋中央ビル5階 Tokyo (JP).

[続葉有]

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING ELECTRET AND PRODUCTION APPARATUS

(54) 発明の名称: エレクトレット体の製造方法及び製造装置



(57) Abstract: A process for producing an electret which comprises passing thermoplastic resin fibers obtained by melt extrusion through an atomized region substantially consisting of droplets of a polar liquid and then collecting the fibers, characterized in that the thermoplastic resin fibers contain an electrification improver and the droplets have an average diameter smaller than 20 μm ; and an apparatus for producing the electret.

(57) 要約:

溶融押し出された熱可塑性樹脂繊維を、極性液体の液滴から実質的になる霧状領域を通過させた後に捕集してエレクトレット体を製造する方法であり、前記熱可塑性樹脂繊維は帯電性向上剤を含有しており、しかも前記液滴の平均径が20 μm 未満である、ことを特徴とする、エレクトレット体の製造方法及びその製造装置。



(81) 指定国 (国内): JP, PL, US.

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

エレクトレット体の製造方法及び製造装置

技術分野

本発明はエレクトレット体の製造方法及び製造装置に関する。

背景技術

従来から、気体中の塵埃等を除去するために、不織布からなる濾過材が使用されている。この不織布濾過材は主として物理的作用によるブラウン拡散、遮り、又は慣性衝突などによって塵埃等を除去するものであるため、不織布濾過材を構成する繊維の直径を小さくすれば、より小さな塵埃等を捕捉し、除去することができるため、濾過効率を高めることができる。しかしながら、不織布濾過材を構成する繊維の直径を小さくすればするほど、圧力損失が大きくなり、不織布濾過材の寿命が短くなるという問題があった。

この問題点を解決する方法として、不織布濾過材をエレクトレット化し、物理的作用に加えて静電気的作用を利用することにより、濾過効率の向上と圧力損失の低減との両立を図るという試みがなされている。例えば、WO 01/27371 (A1) 公報 (特許文献1) には、「繊維ウェブを形成する前の非導電性ポリマーに対して、十分な量の極性液体をスプレーした後に集積して不織布ウェブを形成し、続いて乾燥することにより、個々の繊維を帯電させる方法及び装置」が開示されており、繊維ウェブ形成前の個々の繊維に極性液体を直接にスプレーし、乾燥することによって、電界を作用させずにエレクトレット化を行うことができる。

前記公報記載の方法及び装置によれば、帯電量を多くすることができ、しかも不織布ウェブを形成した後に更なるエレクトレット化工程を必要としないものであった。しかしながら、この方法及び装置によると、非導電性ポリマーがエレクトレット化されるためには、非導電性ポリマーが極性液体により濡らされる必要があるため、必ず乾燥工程を実施する必要があった。従って、乾燥するために多

大なエネルギーが必要であった。

本発明者は、従来技術の前記欠点を解消する手法を鋭意研究していたところ、帯電量の多いエレクトレット体を多大な乾燥エネルギーを必要としない簡潔な工程で製造することのできる方法を見出した。

本発明は、こうした知見に基づくものである。

発明の開示

本発明は、溶融押し出された熱可塑性樹脂繊維を、極性液体の液滴から実質的になる霧状領域を通過させた後に捕集してエレクトレット体を製造する方法であり、前記熱可塑性樹脂繊維は帯電性向上剤を含有しており、しかも前記液滴の平均径が $20\mu\text{m}$ 未満である、ことを特徴とする、エレクトレット体の製造方法に関する。

このように、溶融押し出しされ、しかも帯電性向上剤を含有する熱可塑性樹脂繊維を、極性液体の液滴からなる霧状領域に通過させることによって帯電量を多くすることができ、しかもこの液滴の平均径を $20\mu\text{m}$ 未満とすると、熱可塑性樹脂繊維が濡れることがないため、乾燥工程が不要であることを見出したものである。なお、熱可塑性樹脂繊維が濡れない理由は、液滴が小さいので表面張力が強くなるためと考えられる。

従って、本発明方法の好ましい実施態様においては、前記熱可塑性樹脂繊維が霧状領域を通過した後に、乾燥工程を経ることがない。

本発明方法の別の好ましい実施態様においては、式：

$$(W_p / W_f) \times 100$$

(式中、 W_p は、単位体積あたりの単位時間における霧状領域を作り出すための液滴吐出量であり、そして W_f は、前記霧状領域を単位時間に通過する熱可塑性樹脂の押し出し量である)

で表される樹脂－液滴百分率が、500以上である。前記の樹脂－液滴百分率が500以上、すなわち、霧状領域における液滴量を熱可塑性樹脂量と比較して多くすると、帯電量を多くすることができることも、本発明者は見出した。

本発明方法の更に別の好ましい実施態様においては、溶融押し出された前記熱

可塑性樹脂繊維に対して高温気体を吹き付ける。この態様によれば、熱可塑性樹脂が引き伸ばされて細くなるため、直径の小さい樹脂繊維からなるエレクトレット体を製造することができ、各種性能が向上する。例えば、濾過効率の高いエレクトレット体、風合いの優れるエレクトレット体、分離性能の優れるエレクトレット体、あるいは遮蔽性能の優れるエレクトレット体を製造することができる。

本発明方法の更に別の好ましい実施態様においては、前記熱可塑性樹脂の体積固有抵抗値が $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であり、より好ましくは $10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上である。この態様によれば、より帯電量を増加させることができる。

本発明方法の更に別の好ましい実施態様においては、極性液体が水である。この態様によれば、エレクトレット体の製造環境が優れたものになる。

本発明方法の更に別の好ましい実施態様においては、帯電性向上剤がヒンダードアミン系化合物、脂肪酸金属塩、金属酸化物、及び不飽和カルボン酸変性高分子化合物からなる群から選んだ少なくとも1つの化合物である。この態様によれば、特に帯電量を多くすることができる。

本発明方法の更に別の好ましい実施態様においては、液滴の平均径が $15 \mu\text{m}$ 以下である。この態様によれば、液滴吐出量が同じであれば液滴数を増やすことができるため、帯電量を更に増やすことができる。

また、本発明は、

(1) 帯電性向上剤を含有する熱可塑性樹脂を溶融押し出して、熱可塑性樹脂繊維を形成する手段、

(2) 前記押し出し手段から樹脂が押し出される方向の下流部に、極性液体から実質的になり、平均径が $20 \mu\text{m}$ 未満の液滴を吐出して霧状領域を形成することのできる液滴吐出手段、及び

(3) 前記霧状領域を通過した後の前記熱可塑性樹脂繊維を捕集する手段、を含むことを特徴とする、エレクトレット体の製造装置にも関する。

図面の簡単な説明

図1は、本発明のエレクトレット体の製造装置の模式的断面図である。

発明を実施するための最良の形態

本発明のエレクトレット体の製造方法及び製造装置について、本発明のエレクトレット体の製造装置の模式的断面図である図1を参照しながら説明する。

まず、溶融押し出し装置10から、溶融させた樹脂が繊維状で押し出される。この熱可塑性樹脂は、熱可塑性樹脂供給用容器（図示せず）から溶融押し出し装置10に供給される。その熱可塑性樹脂供給用容器へは、帯電性向上剤供給手段（図示せず）から帯電性向上剤が供給されるので、前記熱可塑性樹脂繊維20は、帯電性向上剤を含有している。なお、熱可塑性樹脂が帯電性向上剤を含んでいる場合には、前記帯電性向上剤供給手段から帯電性向上剤を供給する必要はない。また、熱可塑性樹脂を溶融押し出し装置10に供給する前に帯電性向上剤を混合させることもできるし、熱可塑性樹脂を溶融押し出し装置10に供給した後に帯電性向上剤を混合することもできる。以上のように、前記熱可塑性樹脂繊維20は、帯電性向上剤を含有しているので、本発明によれば、帯電量の多いエレクトレット体60を製造することができる。この熱可塑性樹脂繊維20は極性液体の液滴31からなる霧状領域30へと供給され、この霧状領域30を通過する。この霧状領域30を通過する際に、熱可塑性樹脂繊維20はエレクトレット化される。なお、この霧状領域30を構成する極性液体の液滴31の平均径は $20\mu\text{m}$ 未満で、液滴31の表面張力が強いいためか、熱可塑性樹脂繊維20が濡れることがない。従って、本発明においては熱可塑性樹脂繊維20を乾燥させるための工程を不要にすることができる。

この霧状領域30は液滴吐出装置40から吐出される液滴31によって形成されている。この液滴吐出量を熱可塑性樹脂繊維20の押し出し量と比較して多くすると、より帯電量の多いエレクトレット体60を製造することができる。このエレクトレット化された熱可塑性樹脂繊維21は溶融押し出し装置10の下方に配置されたベルトコンベア50によって捕集され、エレクトレット体60を形成する。このエレクトレット体60は濡れていないため、乾燥工程を経ることなく、エレクトレット体として使用したり、あるいは各種用途に適合させるために、後の工程へと供給することができる。

本発明において使用することができる熱可塑性樹脂は、溶融押し出しが可能で

ある限り特に限定されるものではないが、帯電量を多くすることができる体積固有抵抗値が $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の樹脂から構成されているのが好ましく、体積固有抵抗値が $10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の樹脂から構成されているのがより好ましい。なお、体積固有抵抗値の上限は特に限定されるものではない。本発明における「体積固有抵抗値」は、JIS K 6911に定められている「熱硬化性プラスチック一般試験方法」に準じた3端子法による絶縁抵抗試験に用いられる体積固有抵抗値測定装置により測定して得られる値をいう。

より具体的には、ポリオレフィン系樹脂（例えば、ポリエチレン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリメチルペンテン系樹脂、又はポリスチレン系樹脂など）、ポリ四フッ化エチレン、ポリ塩化ビニリデン、ポリ塩化ビニル、又はポリウレタンなどを挙げることができる。これらの中でもポリオレフィン系樹脂は特に体積固有抵抗値が高く、しかも熱可塑性で加工性に優れているため好適に使用することができ、特にポリプロピレン系樹脂又はポリメチルペンテン系樹脂は耐熱性の点でも優れているため、好適に使用することができる。

本発明においては、前記熱可塑性樹脂中に帯電性向上剤を含有させることにより、エレクトレット体の帯電量を多くすることができる。この帯電性向上剤は、これを含有していることによってエレクトレット体の帯電量を増加させるものである限り、特に限定されるものではない。すなわち、或る物質を含む場合と含まない場合とで本発明の製造方法によりエレクトレット体を製造し、或る物質を含むエレクトレット体の帯電量が、或る物質を含まないエレクトレット体の帯電量よりも多くなった場合、その物質は本発明における帯電性向上剤に該当する。

本発明における好ましい帯電性向上剤としては、ヒンダードアミン系化合物、脂肪酸金属塩（例えば、炭素数10～30の脂肪酸の金属塩、例えば、ステアリン酸のマグネシウム塩、又はステアリン酸のアルミニウム塩など）、金属酸化物（例えば、酸化チタン、二酸化珪素、又は天然鉱物など）、不飽和カルボン酸変性高分子化合物〔例えば、炭素数3～10の不飽和カルボン酸（例えば、アクリル酸、メタクリル酸、若しくはマレイン酸）で変性されたポリエチレン、ポリプロピレン、又はポリスチレン〕などを例示することができる。なお、これら帯電性向上剤を1種類で用いることも、あるいは2種類以上を組み合わせで用いるこ

ともできる。これらの中でも、帯電量を特に多くすることができるヒンダードアミン系化合物を含有しているのが特に好適である。

ヒンダードアミン系化合物としては、例えば、ポリ[{(6-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル)イミノ-1, 3, 5-トリアジン-2, 4-ジイル) {(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ}ヘキサメチレン {(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ}}]、コハク酸ジメチル-1-(2-ヒドロキシエチル)-4-ヒドロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン重縮合物、又は2-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-*n*-ブチルマロン酸ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)などを挙げることができる。

このような帯電性向上剤の含有量は特に限定されるものではないが、熱可塑性樹脂全体の質量（熱可塑性樹脂及び帯電性向上剤の合計質量）の0.01～5mass%であるのが好ましい。帯電性向上剤の含有量が0.01mass%未満であると、十分な帯電が得られない傾向があり、0.05mass%以上であるのがより好ましく、0.1mass%以上であるのが更に好ましい。他方、帯電性向上剤の含有量が5mass%を超えると、エレクトレット体の機械的強度が低下する傾向がある。帯電性向上剤の含有量は、より好ましくは4mass%以下、更に好ましくは3mass%以下、最も好ましくは2.5mass%以下である。

本発明方法においては、帯電性向上剤を含有する熱可塑性樹脂を溶融させ、溶融押し出し装置から繊維状で押し出すことができる。溶融押し出しは、図1に示すように、熱可塑性樹脂繊維20を溶融押し出し装置10から単に押し出してもよいし、溶融押し出し装置10から押し出した後に高温気体を吹き付けても、あるいは溶融押し出し装置10から押し出した後に電界を作用させてもよい。高温気体の吹き付けは、霧状領域の通過前に行うのが好ましく、電界も霧状領域の通過前に作用させるのが好ましい。

溶融押し出し装置から単に押し出す場合には、例えば、スパンボンド法として従来から知られているダイを使用することができ、溶融押し出し装置から押し出した後に高温気体を吹き付ける場合には、例えば、メルトブロー法として従来から知られているダイを使用することができ、溶融押し出し装置から押し出した後

に電界を作用させる場合には、例えば、静電紡糸法として従来から知られている装置を使用することができる。これらの中でも、溶融押し出し装置から押し出した後に高温気体を吹き付けると、熱可塑性樹脂繊維が引き伸ばされて細くなるため、各種性能が向上する。例えば、濾過効率の高いエレクトレット体、風合いの優れるエレクトレット体、分離性能の優れるエレクトレット体、又は遮蔽性能の優れるエレクトレット体を製造することができる。

高温気体を吹き付ける場合には、その高温気体の温度は熱可塑性樹脂の融点よりも高い温度であり、上限はその熱可塑性樹脂が分解しない温度である。また、高温気体の吹き付け量は限定されるものではないが、押し出された熱可塑性樹脂質量の5～2000質量倍であるのが好ましい。更に、気体の種類は特に限定されるものではないが、空気であるのが製造上好適である。

図1に示すように、溶融押し出し装置10から溶融押し出された熱可塑性樹脂繊維20は、極性液体の液滴31からなる霧状領域30を通過することによりエレクトレット化される。この場合、霧状領域に電界を作用させてもさせなくてもよいが、電界を作用させなくてもエレクトレット化することができる。この液滴を構成する極性液体は特に限定されるものではなく、例えば、水、アルコール、アセトン、又はアンモニアなどを挙げることができる。これらの極性液体は、1種類を単独で用いることも、あるいは2種以上を組み合わせる用いることができる。これらの中でも、製造環境的に優れている点から水（特に水のみ）を使用するのが好ましい。

本発明のエレクトレット体の製造方法においては、液滴の平均径を20 μ m未満とすることにより、熱可塑性樹脂繊維の乾燥工程を不要とすることができる。液滴の平均径を20 μ m未満とすると熱可塑性樹脂繊維が濡れない理由は不明であるが、平均径が小さい液滴は表面張力が強くなり、その結果として、熱可塑性樹脂繊維を濡らさなくなるものと本発明者は考えている。従って、更に表面張力を強くすれば、熱可塑性樹脂繊維を濡らさない傾向が一層強くなるものと考えられるため、液滴の平均径は15 μ m以下であるのが好ましく、12 μ m以下であるのが更に好ましい。なお、一定質量の極性液体からなる霧状領域においては、液滴の平均径が小さくなればなるほど、熱可塑性樹脂繊維に対して作用すること

ができる液滴数が多くなるので、帯電量を多くすることができると考えられる。液滴の平均径の下限は特に限定されるものではないが、 $0.1\mu\text{m}$ 程度が適当である。 $0.1\mu\text{m}$ よりも小さくなると、帯電量が少なくなる傾向がある。なお、本発明における「液滴の平均径」は、レーザードップラー式粒度分布測定器での測定により得られるザウタ平均粒径 (Sauter's mean diameter) の値をいう。

本発明方法で用いる霧状領域は、無数の液滴が或る空間内に密集して漂っている浮遊状態の液滴から形成される領域であるか、好ましくは或る空間内に存在する無数の液滴が、一定方向あるいは種々の方向に移動している運動状態の液滴から形成される領域であるか、あるいは、浮遊状態の液滴と運動状態の液滴とから形成される領域であることができる。前記の霧状領域は、従来公知の液滴吐出装置、例えば、市販の液滴吐出装置、例えば、AKIMist (登録商標; 株式会社いけうち製)、AKIJet (登録商標; 株式会社いけうち製) を使用して形成することができる。

本発明のエレクトレット体の製造方法においては、熱可塑性樹脂繊維が霧状領域をどの方向に通過してもよいが、液滴吐出装置から液滴を噴出する方向と直交する方向に熱可塑性樹脂繊維を通過させるのが好ましい。このように通過させることにより、更に帯電量を多くすることができる。

また、本発明の製造方法において、前記樹脂-液滴百分率 ($= (W_p / W_f) \times 100$) が、500以上であるのが好ましい。樹脂-液滴百分率が500以上の場合には、帯電量を多くすることができる。これは、熱可塑性樹脂繊維に対して作用することができる液滴数が多くなるためと思われる。また、前述のように、一定質量の極性液体からなる霧状領域においては、液滴の平均径が小さくなると、熱可塑性樹脂繊維に対して作用することができる液滴数が多くなるため、帯電量を多くすることができる。この樹脂-液滴百分率の値が大きければ大きい程、前記の帯電量増加効果に優れているため、樹脂-液滴百分率は、より好ましくは600以上、更に好ましくは700以上、最も好ましくは1000以上である。なお、樹脂-液滴百分率の上限は特に限定されるものではないが、熱可塑性樹脂繊維を濡らさない樹脂-液滴百分率であることが好ましく、熱可塑性樹脂繊維を濡

らさない樹脂－液滴百分率の上限は実験的に適宜確認することができる。

このような樹脂－液滴百分率は、図 1 に示すように、前述のような溶融押し出し装置 10 からの押し出し量と、前述のような液滴吐出装置 40 からの吐出量とを適宜調節することにより達成することができる。なお、霧状領域を形成するために使用する液滴吐出装置の数も特に限定されず、例えば、図 1 に示すように、液滴吐出装置 40、41 を 2 台設置することもできるが、1 台のみを設置してもよいし、3 台以上を設置してもよい。2 台以上設置する場合には、液滴の平均径、吐出量、吐出速度、極性液体の性質又は種類の点で異なる条件で操作することもできる。

本発明の製造方法においては、図 1 に示すように、熱可塑性樹脂繊維 20 を上述のような霧状領域 30 を通過させることによりエレクトレット化し、こうしてエレクトレット化させた熱可塑性樹脂繊維 21 を適当な支持体（例えば、ベルトコンベア 50）上に捕集して、エレクトレット体 60 を製造することができる。このように形成したエレクトレット体 60 は濡れていないため、本発明においては熱可塑性樹脂繊維 20 が霧状領域を通過した後に、乾燥工程を不要とすることができる。なお、本発明方法において「乾燥工程が不要である」とは、例えば、図 1 に示す態様において、エレクトレット化させた熱可塑性樹脂繊維 21 の捕集前又は捕集後に、エレクトレット化させた熱可塑性樹脂繊維 21 又はエレクトレット体 60 を乾燥するための工程が不要であるという意味である。例えば、熱可塑性樹脂繊維 20 に対して高温気体を吹き付けるメルトブロー装置の場合には、熱可塑性樹脂繊維に霧状領域を通過させた後に、別途、乾燥手段を適用する必要がない。なお、乾燥工程が不要であることによって、付加的な効果を奏する場合がある。例えば、生産性を高めるために熱によって乾燥すると、帯電量が減少する場合があるが、本発明によれば、そのような弊害は生じない。

捕集手段も特に限定されず、例えば、図 1 に示すように、ベルトコンベア 50、あるいは、ロールを使用することができる。また、捕集手段（例えば、ベルトコンベア、又はロール）は多孔性であっても、非多孔性であっても使用することができる。なお、捕集手段（例えば、ベルトコンベア、又はロール）が多孔性である場合には、捕集手段（例えば、ベルトコンベア、又はロール）の下方に吸引装

置を設置し、エレクトレット化させた熱可塑性樹脂繊維を吸引して、エレクトレット体の乱れを防ぐことができる。また、捕集手段（例えば、ベルトコンベア、ロール）の表面は平面又は曲面である必要はなく、それ以外の立体的な形状であってもよい。捕集手段（例えば、ベルトコンベア、ロール）の表面が立体的な形状であると、その形状に沿ってエレクトレット化された熱可塑性樹脂繊維を捕集することができるため、捕集後の成形工程を省略することができる。更に、捕集手段（例えば、ベルトコンベア、ロール）の上に、例えば、多孔質体又は非多孔質体を配置しておけば、これらの材料とエレクトレット体とを容易に複合化することができる。前記多孔質体として、例えば、シート（例えば、織物、編物、不織布、これらの複合体など）、多孔フィルム（例えば、穴開きフィルムなど）、発泡体、あるいはこれらの複合体を挙げることができ、非多孔質体として、例えば、無孔フィルムを挙げることができる。

本発明のエレクトレット体の形態は熱可塑性樹脂繊維の形態によって変化するが、例えば、繊維集合体の形態、フィルムの形態などであることができる。エレクトレット体を好適である気体フィルタ用の濾過材として使用する場合には、エレクトレット体は繊維集合体からなるのが好ましく、直径が小さく、捕集効率の優れるメルトブロー繊維集合体からなるのが特に好ましい。

本発明のエレクトレット体の製造方法によって製造したエレクトレット体は、帯電量の多いものであるため、例えば、空気などの気体フィルタ用濾過材、オイルや水などの液体フィルタ用濾過材、成型マスクなどのマスク用濾過材、ワイピング材、医療用健康回復又は改善素材、防塵衣料、音波又は振動の検出素子などの各種用途に使用することができる。

本発明のエレクトレット体は前記のような用途に好適に使用することができるものであるが、各種用途に適合するように、各種後加工を実施することができる。例えば、エレクトレット体を好適である気体フィルタ用濾過材として使用する場合、襞折り加工を実施して濾過面積を広くするのが好ましい。

実施例

以下、実施例によって本発明を具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に

よって限定されるものではない。

実施例 1

ポリ [{ (6- (1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル) イミノ-1, 3, 5-トリアジン-2, 4-ジイル) { (2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル) イミノ} ヘキサメチレン { (2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル) イミノ} }] [ヒンダードアミン系帯電性向上剤: CHIMASSORB 944FD (登録商標); チバ・スペシャルティ・ケミカルズ株式会社製] を樹脂全体 (帯電性向上剤を含む) の 1 mass % の量で含むポリプロピレンペレットを用意した。ポリプロピレンの体積固有抵抗値は、 $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ よりも大きいものであった。次いで、このポリプロピレンペレットを常法のメルトブロー装置を用い、温度 300°C の空気をポリプロピレン質量の 1500 質量倍吹き付けて、メルトブロー繊維を形成した。

前記のメルトブロー装置からメルトブロー繊維を紡糸しながら、前記温風吹き出し位置よりも、紡糸方向の下流において、液滴吐出装置 [AKIMIST (登録商標); 株式会社いけうち製] から噴射させた水滴 (平均径 = $10 \mu\text{m}$) によって形成された霧状領域 (樹脂-液滴百分率 = 1150; 変動係数 = 0.05) に、前記メルトブロー繊維を通過させてメルトブロー繊維をエレクトレット化した。

次いで、このエレクトレット化したメルトブロー繊維を、ステンレススチール製メッシュからなるベルトコンベアの下から吸引しながら前記ベルトコンベアで捕集し、乾燥工程を経ることなく、エレクトレット化したメルトブロー繊維 (平均繊維径 = $5 \mu\text{m}$) ウェブ、すなわちエレクトレット体を製造した。

実施例 2

実施例 1 で用いたヒンダードアミン系帯電性向上剤を樹脂全体 (帯電性向上剤を含む) の 3 mass % の量で含むポリプロピレンペレットを用意した。このポリプロピレンの体積固有抵抗値は、 $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ よりも高いものであった。次いで、このポリプロピレンペレットを常法のメルトブロー装置を用い、温度 260°C の空気をポリプロピレン質量の 50 倍質量吹き付けて、メルトブロー繊維を形成した。

前記のメルトブロー装置からメルトブロー繊維を紡糸しながら、前記温風吹き出し位置よりも、紡糸方向の下流において、実施例 1 で用いた液滴吐出装置から噴射させた水滴（平均径＝ $10\text{ }\mu\text{m}$ ）によって形成された霧状領域（樹脂－液滴百分率＝750；変動係数＝0.05）に、前記メルトブロー繊維を通過させてメルトブロー繊維をエレクトレット化した。

次いで、このエレクトレット化したメルトブロー繊維を、ステンレススチール製メッシュからなるベルトコンベアの下から吸引しながら前記ベルトコンベアで捕集し、乾燥工程を経ることなく、エレクトレット化したメルトブロー繊維（平均繊維径＝ $7\text{ }\mu\text{m}$ ）ウェブ、すなわちエレクトレット体を製造した。

比較例 1

液滴吐出装置から吐出させる水滴の平均径を $30\text{ }\mu\text{m}$ としたこと以外は、実施例 1 に記載の操作を繰り返すことにより、エレクトレット体を製造しようとしたが、捕集したメルトブロー繊維が非常に濡れていたため、更に乾燥工程を必要とするものであった。

比較例 2

ヒンダードアミン系帯電性向上剤を含有しないポリプロピレンペレットを使用したこと以外は、実施例 1 に記載の操作を繰り返すことにより、乾燥工程を経ることなく、エレクトレット体を製造した。

比較例 3

ヒンダードアミン系帯電性向上剤を含有しないポリプロピレンペレットを使用したこと、及び霧状領域を通過させないこと以外は、実施例 1 に記載の操作を繰り返すことにより、乾燥工程を経ることなく、メルトブロー繊維ウェブを製造した。

物性評価

(1) 捕集効率の測定

大気を用い、風速 10 cm/秒 の条件下で、実施例 1 及び実施例 2 並びに比較例 2 及び比較例 3 のエレクトレット体又はメルトブロー繊維ウェブの粒子径が $0.3\sim 0.5\text{ }\mu\text{m}$ の大気塵の捕集効率を測定した。結果を表 1 に示す。なお、比較例 1 のメルトブロー繊維ウェブは捕集工程を実施した時点でひどく濡れており、

乾燥工程を更に必要としたため、測定することができなかった。

(2) 圧力損失の測定

大気を用い、風速 10 cm/秒の条件下で、実施例 1 及び実施例 2 並びに比較例 2 及び比較例 3 のエレクトレット体又はメルトブロー繊維ウェブの圧力損失を測定した。結果を表 1 に示す。なお、比較例 1 のメルトブロー繊維ウェブは捕集工程を実施した時点でひどく濡れており、乾燥工程を更に必要としたため、測定することができなかった。

(3) γ 値の算出

前記の捕集効率の測定値 (E ; 単位=%) から、式：

$$P = 100 - E$$

[式中、P は透過率 (単位=%) である]

によって、透過率 (P ; 単位=%) を算出し、更に、その透過率 (P ; 単位=%) と、前記の圧力損失の測定値 (ΔP ; 単位=Pa) とから、式：

$$\gamma = [-\ln(P/100)] / \Delta P$$

から γ 値 (単位=1/Pa) を算出した。結果を表 1 に示す。

なお、 γ 値が大きければ大きいほど、圧力損失が小さくなり、透過率の小さいエレクトレット体であることを意味する。従って、 γ 値が大きいエレクトレット体は、高性能な濾過材として好適に使用することができる。

表 1

	目付 (g/m ²)	厚さ (mm)	捕集効率 (%)	圧力損失 (Pa)	γ 値 (1/Pa)
実施例 1	44	0.98	99.79	26	0.237
実施例 2	20	0.3	63.0	3.6	0.276
比較例 1	メルトブロー繊維ウェブが濡れていたため測定不可能				
比較例 2	46	0.76	31.88	34	0.011
比較例 3	45	0.86	25.45	32	0.009

表 1 の結果から明らかなように、本発明の製造方法により製造されたエレクトレット体は、比較例 2 及び比較例 3 のメルトブロー繊維ウェブよりも圧力損失が低いにもかかわらず、捕集効率の高いものであった。従って、帯電量が多いこと

を推測することができた。

産業上の利用可能性

本発明によれば、帯電量の多いエレクトレット体を、乾燥工程を経ない簡潔な工程により製造することができる。

本発明の製造方法において、樹脂－液滴百分率 $[(W_p / W_f) \times 100]$ が500以上であると、帯電量を更に多くすることができる。

本発明の製造方法において、溶融押し出された前記熱可塑性樹脂繊維に対して高温気体を吹き付けると、熱可塑性樹脂が引き伸ばされて細くなるため、直径の小さい樹脂繊維からなるエレクトレット体を製造することができ、各種性能が向上する。

本発明の製造方法において、体積固有抵抗値が $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、特に体積固有抵抗値が $10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の熱可塑性樹脂繊維からなると、より帯電量を増加させることができる。

本発明の製造方法において、極性液体が水であると、エレクトレット体の製造環境が優れたものになる。

本発明の製造方法において、帯電性向上剤がヒンダードアミン系化合物、脂肪酸金属塩、金属酸化物、及び不飽和カルボン酸変性高分子化合物からなる群から選んだ少なくとも1つの化合物であると、特に帯電量を多くすることができる。

本発明の製造方法において、液滴の平均径が $15 \mu\text{m}$ 以下であると、液滴吐出量が同じであれば液滴数を増やすことができるため、帯電量を更に増やすことができる。

本発明の製造装置によれば、乾燥手段を有していない簡潔な装置により帯電量の多いエレクトレット体を製造することができる。

以上、本発明を特定の態様に沿って説明したが、当業者に自明の変形や改良は本発明の範囲に含まれる。

請 求 の 範 囲

1. 溶融押し出された熱可塑性樹脂繊維を、極性液体の液滴から実質的になる霧状領域を通過させた後に捕集してエレクトレット体を製造する方法であり、前記熱可塑性樹脂繊維は帯電性向上剤を含有しており、しかも前記液滴の平均径が $20\mu\text{m}$ 未満である、ことを特徴とする、エレクトレット体の製造方法。
2. 前記熱可塑性樹脂繊維が霧状領域を通過した後に、乾燥工程を経ることのない、請求項1に記載のエレクトレット体の製造方法。
3. 式：
$$(W_p / W_f) \times 100$$

(式中、 W_p は、単位体積あたりの単位時間における霧状領域を作り出すための液滴吐出量であり、そして W_f は、前記霧状領域を単位時間に通過する熱可塑性樹脂の押し出し量である)

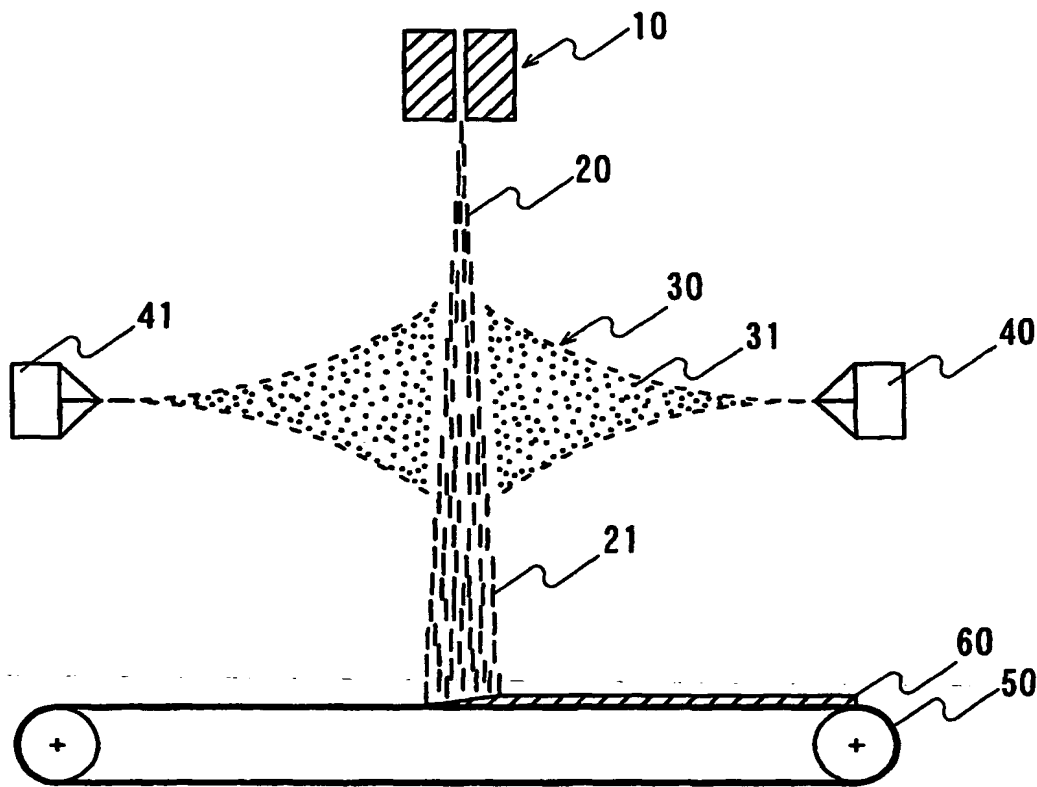
で表される樹脂－液滴百分率が、500以上である、請求項1又は2に記載のエレクトレット体の製造方法。
4. 溶融押し出された前記熱可塑性樹脂繊維に対して高温気体を吹き付ける、請求項1～3のいずれか一項に記載のエレクトレット体の製造方法。
5. 前記熱可塑性樹脂の体積固有抵抗値が $10^{14}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上である、請求項1～4のいずれか一項に記載のエレクトレット体の製造方法。
6. 前記熱可塑性樹脂の体積固有抵抗値が $10^{16}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上である、請求項5に記載のエレクトレット体の製造方法。
7. 極性液体が水である、請求項1～6のいずれか一項に記載のエレクトレット体の製造方法。
8. 帯電性向上剤がヒンダードアミン系化合物、脂肪酸金属塩、金属酸化物、及び不飽和カルボン酸変性高分子化合物からなる群から選んだ少なくとも1つの化合物である、請求項1～7のいずれか一項に記載のエレクトレット体の製造方法。
9. 前記液滴の平均径が $15\mu\text{m}$ 以下である、請求項1～8のいずれか一項に記載のエレクトレット体の製造方法。
10. (1) 帯電性向上剤を含有する熱可塑性樹脂を溶融押し出して、熱可塑性樹脂繊維を形成する手段、

(2) 前記押し出し手段から樹脂が押し出される方向の下流部に、極性液体から実質的になり、平均径が $20\mu\text{m}$ 未満の液滴を吐出して霧状領域を形成することのできる液滴吐出手段、及び

(3) 前記霧状領域を通過した後の前記熱可塑性樹脂繊維を捕集する手段、を含むことを特徴とする、エレクトレット体の製造装置。

1 / 1

FIG. 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Publication No.

PCT/JP03/00185

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ D04H3/16, B01D39/14, D06M10/00, D06M11/05, D06M23/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ D04H3/16, B01D39/14, D06M10/00, D06M11/05, D06M23/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2002
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2002	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2002

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPIL D04H3/16, D06M10/00, D01F11/00

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 01/027371 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO.), 19 April, 2001 (19.04.01), Full text; Figs. 1 to 3 & US 6375886 A & JP 2003-511577 A	1-9
P,A	JP 2002-161467 A (Toray Industries, Inc.), 04 June, 2002 (04.06.02), Full text; Figs. 1 to 3 (Family: none)	1-9

☐

Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
28 March, 2003 (28.03.03)Date of mailing of the international search report
15 April, 2003 (15.04.03)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ D04H3/16, B01D39/14, D06M10/00,
Int. Cl⁷ D06M11/05, D06M23/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ D04H3/16, B01D39/14, D06M10/00,
Int. Cl⁷ D06M11/05, D06M23/06

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2002年
日本国登録実用新案公報 1994-2002年
日本国実用新案登録公報 1996-2002年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPIL D04H3/16 D06M10/00 D01F11/00

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	WO 01/027371 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES COM PANY) 2001.04.19, 全文, 第1-3図 & US 6375886 A & JP 2003-511577 A	1-9
PA	JP 2002-161467 A (東レ株式会社) 2002.06.04, 全文, 第1-3図 (ファミリーなし)	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28.03.03

国際調査報告の発送日

15.04.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

中田 とし子

4S

2932

電話番号 03-3581-1101 内線 3474